

2

PAT-NO: JP02000040610A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 2000040610 A

TITLE: FILM COATED RARE EARTH MAGNET

PUBN-DATE: February 8, 2000

INVENTOR-INFORMATION:

|                 |         |
|-----------------|---------|
| NAME            | COUNTRY |
| OKABE, SHINICHI | N/A     |

INT-CL (IPC): H01F001/053, C23C014/32

ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To improve the anti-corrosion of rare earth magnet, by a method wherein an Si film is formed by ion plating process on the surface of a rare earth magnet as a base metal so as to form the second layer made of an Si oxide material on this Si film.

SOLUTION: The first layer made of an Si layer as for a base material is formed by ion plating process on the surface so as to form the second layer made of an Si oxide film on the first layer. The base material is either an Nd-Fe-B base sintered magnet or a bond magnet, etc., coupled with nylon. At this time, it is recommended that the surface pollution of a rare earth magnet as a base material is removed using alcohol, etc., before forming a film while in the case of the sintered magnet as the base material, and it is preferable that the vacuum degasification is performed since there is a possibility of either producing gas from inside or the decline in adherence. Furthermore, it is recommended that film thickness of the Si film formed as the first layer is 0.5-2.0  $\mu\text{m}$  and that as the second layer is 1-5  $\mu\text{m}$ .

COPYRIGHT: (C)2000,JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-40610

(P2000-40610A)

(43) 公開日 平成12年2月8日 (2000.2.8)

(51) Int.Cl.

識別記号

F I

テマコード (参考)

H 0 1 F 1/053

H 0 1 F 1/04

H 4 K 0 2 9

C 2 3 C 14/32

C 2 3 C 14/32

Z 5 E 0 4 0

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 3 頁)

(21) 出願番号 特願平10-208744

(22) 出願日 平成10年7月24日 (1998.7.24)

(71) 出願人 000183303

住友金属鉱山株式会社

東京都港区新橋5丁目11番3号

(72) 発明者 岡部 信一

千葉県市川市中国分3-18-5 住友金属

鉱山株式会社中央研究所内

Fターム (参考) 4K029 AA02 AA04 BA16 BA35 BA46

BB02 BC01 BD00 CA03 CA04

EA01

5E040 AA04 BC01 BC08 BD01 CA01

NN06

(54) 【発明の名称】 被膜付き希土類磁石

(57) 【要約】

【課題】 処理工程の簡単なイオンプレーティング法で形成した10 $\mu$ m以下の被膜でも耐食性に優れた希土類磁石を提供する。

【解決手段】 母材の希土類磁石の表面にイオンプレーティング法によるS i膜からなる第1層が形成され、S i酸化物膜からなる第2層が該第1層上に形成されてなり、厚みは、第1層が0.5 $\sim$ 2 $\mu$ m、第2層が1.0 $\sim$ 5 $\mu$ m、かつ第1層と第2層の和が10 $\mu$ m以下である被膜付き希土類磁石。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 母材の希土類磁石の表面にイオンプレーティング法によるSi膜からなる第1層が形成され、Si酸化物膜からなる第2層が該第1層上に形成されてなる被膜付き希土類磁石。

【請求項2】 母材の希土類磁石の表面にイオンプレーティング法によるSi膜からなる第1層が形成され、Si酸化物膜からなる第2層が該第1層上に形成されてなり、厚みは、該第1層が0.5~2 $\mu$ m、該第2層が1.0~5 $\mu$ mである被膜付き希土類磁石。

【請求項3】 母材の希土類磁石の表面にイオンプレーティング法によるSi膜からなる第1層が形成され、Si酸化物膜からなる第2層が該第1層上に形成されてなり、厚みは、該第1層が0.5~2 $\mu$ m、該第2層が1.0~5 $\mu$ m、かつ該第1層と該第2層の和が10 $\mu$ m以下である被膜付き希土類磁石。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、被膜付き希土類磁石に関し、より詳しくは、希土類磁石の表面にイオンプレーティング法によりSi膜とSi酸化物被膜を形成し、耐食性を向上させた被膜付き希土類磁石に関する。

## 【0002】

【従来の技術】ネオジウム(Nd)-鉄(Fe)-ホウ素(B)系磁石は、優れた磁気特性をもち、あらゆる分野で使用されている。しかし、この磁石は鉄が主成分であり、また、結晶組織的に腐食しやすいネオジウムに富む相を含んでいるので耐食性に劣る欠点がある。すなわち、わずかな酸、アルカリ、水分の存在によって表面から電気化学的に腐食が進行し、磁石が腐食されて錆が発生し、磁石性能の劣化が生じる。

【0003】ネオジウム-鉄-ホウ素系磁石の耐食性を向上させるために、磁石の表面に、ニッケルメッキ、アルミクロメート、エポキシ樹脂塗装、電着塗装などの各種表面処理を施していた。しかし、これらの表面処理で形成した被膜によって磁石の耐食性を維持しようとする、該被膜の厚みは大気中の使用環境でも20 $\mu$ m以上が必要である。このため、上記表面処理で被膜を形成した磁石は、磁気特性が低下する上に、厳しい寸法精度が求められる精密部品や複雑な形状の部品には適用できないなどの問題があった。磁気特性が低下せずに上記部品にも適用できるためには、被膜の厚みを10 $\mu$ m以下に抑える必要がある。上記表面処理では、後加工も必要で時間とコストがかかっていた。

【0004】また、樹脂塗装では150℃以上の使用環境では使えないなどの問題があり、耐熱性が高いポリイミド樹脂を用いても使用できるのは300℃以下であった。

【0005】上記処理の他、イオンプレーティング法などの湿式メッキ法によりTiN膜などのセラミックス膜

をコーティングする方法もあるが、いくら膜厚を厚くしてもピンホールが存在するために耐食性に問題があった。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】そこで本発明は、上記事情に鑑み、湿式メッキ法に比べ処理工程の簡単なイオンプレーティング法で形成した10 $\mu$ m以下の被膜でも耐食性に優れた希土類磁石を提供することを目的とする。

## 10 【0007】

【課題を解決するため手段】上記目的を達成するための本発明の被膜付き希土類磁石は、母材の希土類磁石の表面にイオンプレーティング法によるSi膜からなる第1層が形成され、Si酸化物膜からなる第2層が該第1層上に形成されてなり、厚みは、第1層が0.5~2 $\mu$ m、第2層が1.0~5 $\mu$ m、かつ第1層と第2層の和が10 $\mu$ m以下である。

## 【0008】

【発明の実施の形態】本発明における母材は、Nd-Fe-B系の焼結磁石やナイロンで結合させたボンド磁石等である。上記母材には、表面にイオンプレーティング法によるSi膜からなる第1層が形成され、Si酸化物膜からなる第2層が該第1層上に形成されている。

【0009】母材の希土類磁石は、被膜を形成する前に、アルコール等で表面の汚れを落とすことが望ましい。また、母材が焼結磁石の場合は、被膜形成時に加熱により内部からガスが発生して磁石表面を汚したり、密着力が低下する恐れがあるので、真空脱ガス処理を行うことが望ましい。真空脱ガス工程は、真空槽内を10<sup>-4</sup>Torr以下に排気した後、ヒータで母材を300~700℃に加熱して行うことができる。また、熱衝撃により母材に割れが入らないように、急激に温度を上げないようにすることが望ましい。

【0010】成膜形成前の母材は磁化していない方が望ましい。磁化していると、イオンプレーティング処理を行う場合にプラズマや蒸発粒子に影響を与え、膜厚分布や膜質が好ましくない状態になるからである。

【0011】母材表面の清浄と、母材加熱、母材と被膜との密着力を向上させるために、ボンバード処理を行う。ボンバード処理は、真空チャンバーにArガスを導入し、母材にバイアス電圧-500V以上を印加して、1分以上処理すればよい。

【0012】より高い密着力を得るためには、ボンバード処理に続いて、メタルボンバード処理を行うのが好ましい。メタルボンバード処理は、第1層に形成されるSi膜の原料を溶融し、蒸発粒子をイオン化して、母材にバイアス電圧-500V以上印加し、1~5分処理すればよい。5分間を超える処理は、母材表面が荒れるので好ましくない。

50 【0013】第1層及び第2層に形成される被膜の原料

には、Si-10at%Ta合金を用いるのが好ましい。Si単独でも蒸発材として使用できるが、Taの添加により突沸を抑制することができるからである。Taは、Siの蒸気圧よりも約8桁程度低いので、Siが優先的に蒸発することになる。

【0014】第2層に形成する被膜の原料には、SiO<sub>2</sub>を用いてもよい。しかしこの場合、複数のハースを備えた装置を用いなければ、第1層と第2層を連続的に処理できない。

【0015】第1層目および第2層目はPVD（物理蒸着）で形成できるが、第1層目および第2層目が連続的に容易に被膜形成できる、反応性イオンプレーティング法が望ましい。イオン化の方法は、公知のアーク放電、グロー放電、ホロカソード放電、高周波放電などいずれの方法でも良い。

【0016】第2層目のSi酸化物被膜を形成する場合、反応ガスとして酸素ガスを用いることができる。希土類磁石は酸化しやすいため、第1層としてSi膜を形成して酸素との接触を避ける必要がある。

【0017】第1層目に形成されるSi膜の膜厚は、0.5~2.0μmが望ましい。0.5μm未満では密着性向上、酸化防止が不十分であり、2.0μmを超えると、全体膜厚が厚くなり寸法精度が悪くなるからである。

【0018】第2層目に形成されるSi酸化物膜の膜厚は、1~5μmが好ましい。1μm未満ではピンホールが多数存在するので耐食性が十分得られず、逆に5μmを超えると寸法精度が悪くなるし、また、生産性・経済性の面でも不利である。

【0019】第1層目のSi膜及び第2層目のSi酸化物膜は、公知のイオンプレーティング法で形成するために通常ピンホールが存在する。しかし、Si酸化物膜は親水性に優れるためピンホール内に液体が浸入しずらく、耐食性に優れる。

【0020】

【実施例】（実施例1） 大きさ10×10×5mmの磁化していないNd-Fe-B系統結磁石を母材とし、これを超音波洗浄後、蒸発材と35cm離れた位置に対面するようにセットした。蒸発材にはSi-10at%Ta合金のインゴットをもちい、これをCu製のハース内に充填した。蒸着装置は、神港精機製イオンプレーティング装置、「AIF-850SB」を用いた。この装置は、蒸発材の溶融には日本電子製270度偏向型電子銃を用い、イオン化は蒸発材上に設けたイオン化電極と蒸発材との間にプラズマを発生させて行うようになっている。

【0021】母材および蒸発材をセッティング後、真空チャンパー内を1×10<sup>-5</sup>Torrまで排気して、内部ヒータで300℃まで加熱し、そのまま、2時間保持した。次に、Arガスを0.03Torr導入し、母材に-800V印加して、イオンボンバードメントを30分間行った。次に10kV-500mAの電子ビームをSi-10at%Ta合金に照射し、溶解した。上記の方法でSiを蒸発させ、母材に-800Vのバイアス電圧を印加して、Siイオンによりメタルボンバードを2分間行った。

【0022】続いて、バイアス電圧を-200Vに下げ、Siメタルを2分間コーティングした。次に、酸素を50SCCM導入し、12分間コーティングを行った。

【0023】得られた膜厚は、第1層目のSiメタル膜が1.1μm、第2層目のSi酸化物膜が3.5μmであった。このコーティング磁石を5%塩水噴霧中に96Hさらしても錆の発生がなく、高い耐食性を有していた。

【0024】（実施例2） 第2層目のSi酸化物膜の蒸発材としてSiO<sub>2</sub>を用い、コーティング時に5×10<sup>-4</sup>Torrまで酸素ガスを導入し、30分間コーティングした以外は実施例1と同様の処理を行った。

【0025】得られた膜厚は、第1層目のSiメタル膜が1.0μm、第2層目のSi酸化物膜が2.3μmであった。実施例1同様の耐食試験をした結果、同等の結果が得られた。

【0026】（従来例1） 何の表面処理を施していないNd-Fe-B焼結磁石を空气中に放置しておいたところ、24Hで鉄錆が発生してきた。この上に従来の表面処理であるニッケルメッキを20μm付けた磁石を5%塩水噴霧する耐食性試験では、48H錆が表面に発生した。

【0027】（従来例2） エポキシ系樹脂主剤：硬化剤：希釈シンナーを1：1：2の比率で混合し、スプレーガンで塗布すると、平均膜厚で23μmあり、膜厚の薄い所と厚い所で5μmの膜厚分布が生じた。

【0028】（比較例1） Ni-Fe-B焼結磁石にイオンプレーティング法でTiN膜を5μmコーティングし、5%塩水噴霧中に96Hさらした結果、全面に錆が発生した。

【0029】

【発明の効果】本発明により、20μm以下の膜厚で十分な耐食性が得られ、しかも寸法精度良く、製造可能な希土類磁石が提供できた。